

**Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak –
Bagian 3: Oksida-oksida sulfur (SO_x) –
Seksi 1: Cara uji dengan metoda turbidimetri
menggunakan spektrofotometer**



© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Cara uji	2
4.1 Prinsip.....	2
4.2 Bahan	2
4.3 Peralatan	3
4.4 Pengambilan contoh uji	4
4.5 Persiapan pengujian	5
4.6 Pengujian contoh uji	6
4.7 Perhitungan	6
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	7
5.1 Jaminan mutu	7
5.2 Pengendalian mutu.....	7
Lampiran A Tabel tekanan uap air jenuh.....	8
Lampiran B Pelaporan	9
Bibliografi	10

Prakata

SNI *Emisi gas buang - Sumber tidak bergerak – Bagian 3: Oksida-oksida sulfur (SO_x) – Seksi 1: Cara uji dengan metoda turbidimetri menggunakan spektrofotometer* ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode serta telah dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis Parameter Uji Kualitas Udara dari Panitia Teknis Sistem Manajemen Lingkungan (Panitia Teknis 207S).

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 5 – 6 Agustus 2004 di Jakarta.



**Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak –
Bagian 3: Oksida-oksida sulfur (SO_x) –
Seksi 1: Cara uji dengan metoda turbidimetri
menggunakan spektrofotometer**

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan oksida-oksida sulfur dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak dengan menggunakan metoda turbidimetri.

Lingkup pengujian meliputi:

- a) Cara pengambilan contoh uji gas SO_x dengan menggunakan larutan penjerap.
- b) Cara perhitungan volum contoh uji gas yang dijerap.
- c) Cara penentuan konsentrasi gas SO_x dalam contoh uji emisi gas buang sumber tidak bergerak dengan metoda turbidimetri menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm dengan konsentrasi 5 ppm sampai 300 ppm (14 mg/Nm³ sampai 860 mg/Nm³).
- d) Cara perhitungan konsentrasi SO_x sebagai SO₂.

2 Acuan normatif

JIS K 0103-1999, *Methods for determination of sulphur oxides in flue gas.*

3 Istilah dan definisi

3.1 emisi

zat, energi, dan atau komponen lain yang dihasilkan dari kegiatan yang masuk atau dimasukkan ke udara ambien

3.2

SO_x

oksida-oksida sulfur, terdiri dari SO₂ dan SO₃ yang dihasilkan dari proses pembakaran dan proses oksidasi sulfur yang diemisikan dari sumber tidak bergerak

3.3

turbidimetri

metoda pengukuran contoh berdasarkan kekeruhan yang diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang tertentu

3.4

mg/Nm³

satuan ini dibaca sebagai miligram per normal meter kubik, notasi N menunjukkan satuan volum hisap udara kering dikoreksi pada kondisi normal (25°C, 760 mmHg)

3.5

larutan induk

larutan standar konsentrasi tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar konsentrasi lebih rendah

SNI 19-7117.3.1-2005

3.6

larutan standar

larutan dengan konsentrasi yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

3.7

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan hasil pembacaan serapan dan merupakan suatu garis lurus

3.8

larutan penjerap

larutan yang dapat menyerap analat

3.9

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk menghilangkan gas-gas yang terperangkap di dalam pipa pengambil contoh uji

3.10

blanko laboratorium

larutan penjerap gas yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama preparasi dan penentuan contoh uji di laboratorium

3.11

blanko lapangan

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama pengambilan contoh uji

3.12

pengendalian mutu

kegiatan yang bertujuan untuk memantau kesalahan analisis, baik berupa kesalahan metoda, kesalahan manusia, kontaminasi, maupun kesalahan pengambilan contoh uji dan perjalanan ke laboratorium

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Oksida belerang dalam contoh uji gas dijerap oleh larutan penjerap hidrogen peroksida membentuk asam sulfat, kemudian ditambahkan barium klorida agar membentuk endapan barium sulfat yang berwarna putih dan diukur serapannya pada panjang gelombang 420 nm dengan menggunakan spektrofotometer.

4.2 Bahan

4.2.1 Larutan penjerap

- masukkan 100 mL (H_2O_2) 30% v/v ke dalam labu ukur 1000 mL;
- encerkan dengan air suling sampai tanda tera;
- simpan dalam botol berwarna gelap di tempat dingin (*cool box*).

4.2.2 Larutan natrium klorida (NaCl)

- larutkan 240 g NaCl ke dalam gelas piala 1000 mL yang berisi larutan 20 mL HCl pekat (37% b/v);
- encerkan dengan air suling sampai tanda tera kemudian saring dengan kertas saring;
- simpan dalam botol pereaksi.

4.2.3 Larutan gliserol ($\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$) (1+1)

Campurkan 100 mL gliserol dengan 100 mL air suling dalam gelas piala 250 mL, lalu homogenkan.

4.2.4 Serbuk barium klorida (BaCl_2)

Haluskan BaCl_2 hingga menjadi serbuk berukuran 32 mesh sampai dengan 24 mesh.

4.2.5 Larutan induk asam sulfat (H_2SO_4) 0,1 N

- pipet 3 mL H_2SO_4 pekat ($\rho = 1,841 \text{ mg/mL}$, 97% b/v) ke dalam labu ukur 1000 mL;
- encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.

4.2.6 Larutan kerja asam sulfat (H_2SO_4) 0,004 N

- pipet 10 mL larutan induk H_2SO_4 0,1 N dan masukkan ke dalam labu ukur 250 mL;
- encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.

4.2.7 Larutan natrium tetraborat (boraks, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 0,1 N

- panaskan boraks pada suhu 105°C selama 1 jam. Simpan dalam desikator;
- timbang 4,767 g boraks yang telah dipanaskan;
- larutkan dengan air suling dalam labu ukur 250 mL, lalu homogenkan.

4.2.8 Larutan boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 0,004 N

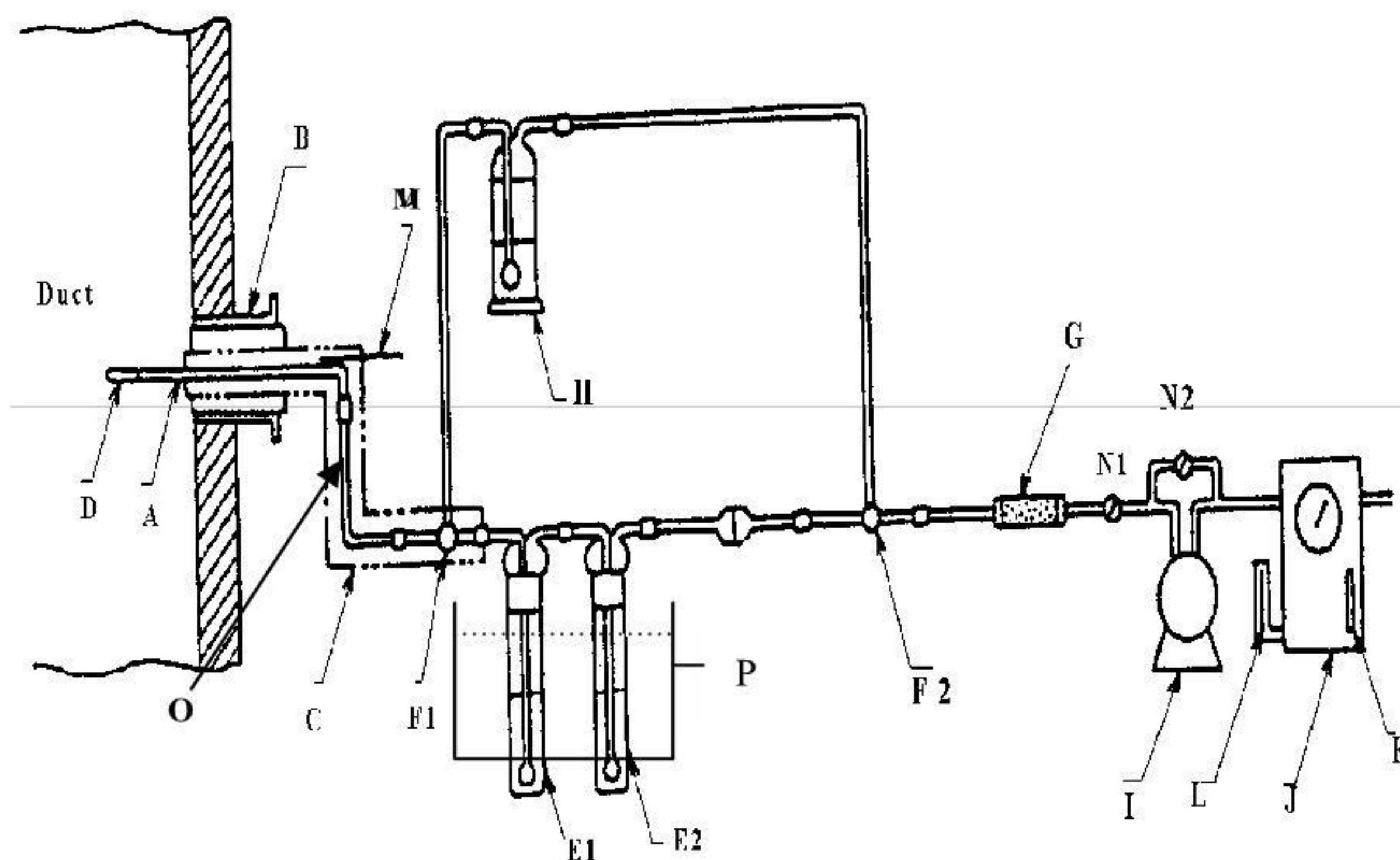
- pipet 10 mL larutan boraks 0,1 N dan masukkan ke dalam labu ukur 250 mL;
- encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.

4.2.9 Indikator SM (sindur metil) atau MO (*methyl orange*)

Timbang 0,1 g indikator SM atau MO, kemudian larutkan dengan 100 mL larutan etanol 95%.

4.3 Peralatan

- rangkaian peralatan pengambil contoh uji SO_x seperti pada Gambar 1;
- labu ukur 100 mL; 250 mL; dan 1000 mL;
- pipet volumetrik 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL; 25 mL dan 50 mL;
- gelas ukur 100 mL;
- gelas piala 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1000 mL;
- tabung uji 50 mL;
- spektrofotometer UV-Vis;
- timbangan analitik dengan ketelitian 4 desimal;
- kaca arloji;
- buret 50 mL;
- labu erlenmeyer 250 mL;
- oven;
- desikator; dan
- mortar dan alu.



Keterangan gambar:

- | | |
|---|---|
| A adalah pipa pengambil contoh uji; | I adalah pompa penghisap; |
| B adalah flange; | J adalah gas meter (kapasitas 1 L - 5 L per putaran); |
| C adalah elemen pemanas; | K adalah termometer gas meter; |
| D adalah glass wool ; | L adalah manometer; |
| E1, E2 adalah botol penjerap 250 mL; | M adalah termometer suhu; |
| F1, F2 adalah kran cabang tiga; | N1 adalah kran penutup; |
| G adalah tabung pengering; | N2 adalah kran pengatur kecepatan alir; |
| H adalah botol pencuci berisi larutan penjerap; | O adalah pipa karet (flurorubber). |
| P adalah wadah pendingin; | |

Gambar 1 Rangkaian peralatan pengambil contoh uji SOx

4.4 Pengambilan contoh uji

- susun peralatan pengambilan contoh uji seperti pada gambar;
- masukkan 50 mL larutan penjerap gas pada langkah 4.2.1 ke dalam masing-masing botol penjerap dan masukkan pula 50 mL larutan penjerap gas ke dalam botol pencuci;
- masukkan pipa pengambil contoh uji ke dalam cerobong, panaskan sampai suhu 120°C. Pertahankan temperatur pipa selama pengambilan contoh uji;
- arahkan aliran gas buang ke posisi pencucian hingga aliran akan melalui botol pencuci;
- hidupkan pompa penghisap udara dan atur laju alir antara 1 L/menit sampai 2 L/menit, matikan pompa setelah 5 menit;
- arahkan aliran gas buang ke posisi pengambilan contoh uji hingga aliran akan melalui botol penjerap;
- baca penunjukkan awal pada gas meter V_1 (L);
- hidupkan pompa dan lakukan pengambilan contoh uji sampai volume total 20 L dengan mengatur laju alir gas meter antara 1 L/menit sampai 2 L/menit;
- catat temperatur dan tekanan pada gas meter saat pengambilan contoh uji;
- matikan pompa, tutup aliran gas dan baca penunjukan akhir pada gas meter V_2 (L).

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Standardisasi H₂SO₄ 0,004 N

- pipet 5 mL larutan boraks Na₂B₄O₇ 0,004 N ke dalam labu erlenmeyer, tambahkan 2 sampai 3 tetes indikator SM;
- titrasi dengan larutan asam sulfat, H₂SO₄ 0,004 N sampai tepat terjadi perubahan warna larutan menjadi merah kekuningan. Catat volum H₂SO₄ yang digunakan;
- lakukan pengujian blanko dengan menggunakan air suling sesuai butir a dan b. Catat volum H₂SO₄ yang digunakan;
- hitung konsentrasi H₂SO₄ setelah standardisasi sesuai rumus sebagai berikut:

$$N_a = \frac{V_b \times N_b}{V_a}$$

dengan pengertian:

- N_a adalah konsentrasi larutan asam sulfat (N);
 V_b adalah volum larutan boraks 0,004 N yang dipipet (mL);
 N_b adalah normalitas boraks 0,004 N;
 V_a adalah volum larutan asam sulfat (mL).

4.5.2 Pembuatan kurva kalibrasi

- pipet 0 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL dan 25 mL larutan kerja H₂SO₄ 0,004 N ke dalam tabung uji 100 mL dan tambahkan air suling sampai 50 mL;
- tambahkan 10 mL larutan gliserol (1+1) dan 5 mL larutan natrium klorida, lalu kocok;
- tambahkan 0,3 g BaCl₂ dan kocok selama 1 menit;
- biarkan selama 4 menit dan aduk kembali dengan baik selama 15 detik;
- masukkan ke dalam kuvet dan baca serapan masing-masing standar dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm;
- buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah ion sulfat (mg).

Perhitungan konversi satuan konsentrasi dari normalitas gram ekivalen ke mg sulfat (SO₄²⁻):

$$C_s = \frac{N_a}{2} \times \frac{96}{98} \times 96$$

dengan pengertian:

- C_s adalah konsentrasi SO₄²⁻ (mg);
 N_a adalah konsentrasi SO₄²⁻ (N);
 2 adalah faktor untuk mengubah g ekivalen/L menjadi g mol/L;
 96 adalah berat molekul (BM) SO₄²⁻;
 98 adalah berat molekul (BM) H₂SO₄.

4.5.3 Persiapan contoh uji

- pindahkan larutan yang berisi contoh uji dari kedua botol penjerap ke dalam labu ukur 250 mL;
- bilas botol penjerap dengan sedikit air suling dan masukkan ke dalam labu ukur di atas, encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan;

- c) siapkan 100 mL larutan penjerap gas ke dalam labu ukur 250 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan. Larutan ini digunakan sebagai blanko lapangan.

4.6 Pengujian contoh uji

- a) pipet 50 mL larutan contoh uji pada langkah 4.5.3 butir b) ke dalam tabung uji;
 b) pipet 50 mL larutan blanko pada langkah 4.5.3 butir c) ke dalam tabung uji;
 c) lakukan langkah 4.5.2 butir b) sampai e) terhadap contoh uji dan blanko;
 d) hitung konsentrasi contoh uji dengan menggunakan kurva kalibrasi.

4.7 Perhitungan

4.7.1 Volum contoh uji gas yang diambil

Volum contoh uji gas yang diambil, dikoreksi pada kondisi normal (25°C, 760 mm Hg) dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$V_s = V \times \frac{298}{273 + t} \times \frac{(P_a + P_m - P_v)}{760}$$

dengan pengertian:

- V_s adalah volum contoh uji gas yang diambil pada kondisi normal (L);
 V adalah volum dari pembacaan gas meter dengan menghitung $V_2 - V_1$ (L);
 P_a adalah tekanan udara atmosfer (mmHg);
 P_m adalah tekanan manometer dibaca pada gas meter (mmHg);
 P_v adalah tekanan uap air jenuh pada temperatur $t^\circ\text{C}$ (mmHg), lihat pada tabel Lampiran A;
 t adalah temperatur gas dibaca pada gas meter ($^\circ\text{C}$);
 298 adalah konversi temperatur pada kondisi normal (25°C) ke dalam $^\circ\text{K}$;
 273 adalah konversi temperatur standar (0°C) ke dalam $^\circ\text{K}$;
 760 adalah tekanan udara standar (mmHg).

4.7.2 Konsentrasi SOx sebagai SO₂ dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak

Konsentrasi SOx (sebagai SO₂) dalam contoh uji dapat dihitung sebagai berikut :

$$C = \frac{64}{96} \times \frac{(A - B) \times fp}{V_s} \times 1000$$

dengan pengertian:

- C adalah konsentrasi SO_x (mg/Nm³);
 A adalah jumlah ion sulfat pada contoh uji, di dapat dari kurva kalibrasi (mg);
 B adalah jumlah ion sulfat pada larutan blanko, didapat dari kurva kalibrasi (mg);
 fp adalah faktor pengenceran (250/50);
 V_s adalah volum contoh gas uji dikoreksi pada kondisi normal pada 25°C, 760 mmHg (L);
 64 adalah berat molekul SO₂;
 96 adalah berat molekul SO₄;
 1000 adalah konversi L ke m³.

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

- a) Gunakan bahan kimia berkualitas p.a.
- b) Gunakan alat gelas yang terkalibrasi dan bebas kontaminasi.
- c) Gunakan gas meter, termometer dan alat spektrofotometer yang terkalibrasi.
- d) Posisi pengukuran berada pada posisi yang mewakili yaitu pada aliran yang homogen dan terhindar dari kemungkinan pengembunan, jarak antara lubang pengambilan contoh uji dengan botol penjerap sedekat mungkin.
- e) Pipa pengambilan contoh uji sebaiknya terbuat dari bahan yang tahan terhadap gas korosif yang terdapat dalam aliran gas (contohnya gas H_2S dan gas Cl_2).
- f) Sumbat ujung pipa dengan filter *glass wool* untuk menghindari bercampurnya partikulat (debu) yang terdapat dalam aliran gas dengan contoh uji gas.

5.2 Pengendalian mutu

5.2.1 Uji blanko

- a) Uji blanko laboratorium

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di laboratorium.

- b) Uji blanko lapangan

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di lapangan.

5.2.2 Linearitas kurva kalibrasi

Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,998 (atau sesuai dengan kemampuan laboratorium yang bersangkutan) dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.

CATATAN Jaminan mutu dan pengendalian mutu diberlakukan sesuai dengan kebijaksanaan laboratorium yang bersangkutan.

Lampiran A

(normatif)

Tabel tekanan uap air jenuh

Sumber : *Steam Table from Perry's Chemical Engineering Handbook. 1986*

CATATAN
Tabel ini
digunakan untuk
mencari nilai Pv.

Tabel A.1 Tekanan Uap Air Jenuh (mmHg)							
Suhu (°C)	Pv		ρ etanol	Suhu (°C)	Pv		ρ etanol
	0	5			0	5	
0	4,6	4,8	0,809				
1	4,9	5,1	0,808	31	33,7	34,7	0,782
2	5,3	5,5	0,807	32	35,7	36,7	0,781
3	5,7	5,9	0,806	33	37,7	38,8	0,781
4	6,1	6,3	0,805	34	39,9	41,0	0,780
5	6,5	6,8	0,804	35	42,2	43,4	0,779
6	7,0	7,3	0,804	36	44,6	45,8	0,778
7	7,5	7,8	0,803	37	47,1	48,4	0,777
8	8,0	8,3	0,802	38	49,7	51,1	0,776
9	8,6	8,9	0,801	39	52,5	53,9	0,775
10	9,2	9,5	0,800	40	55,3	56,8	0,775
11	9,8	10,2	0,799	41	58,4	59,9	0,774
12	10,5	10,9	0,798	42	61,5	63,1	0,774
13	11,2	11,6	0,798	43	64,8	66,5	0,772
14	12,0	12,4	0,797	44	68,3	70,1	0,771
15	12,8	13,2	0,796	45	71,9	73,7	0,770
16	13,6	14,1	0,795	46	75,7	77,6	0,770
17	14,5	15,0	0,794	47	79,6	81,6	0,769
18	15,5	16,0	0,793	48	83,7	85,8	0,768
19	16,5	17,0	0,792	49	88,0	90,2	0,767
20	17,5	18,1	0,792	50	92,5	94,8	0,766
21	18,7	19,2	0,791	51	97,2	99,6	0,765
22	19,8	20,4	0,790	52	102,1	104,6	0,764
23	21,1	21,7	0,789	53	107,2	109,8	0,764
24	22,4	23,1	0,788	54	112,5	115,2	0,763
25	23,8	24,5	0,787	55	118,0	120,9	0,762
26	25,2	26,0	0,787	56	123,8	126,7	0,761
27	26,7	27,5	0,786	57	120,8	132,9	0,76
28	28,4	29,2	0,785	58	136,0	139,2	0,759
29	30,1	30,9	0,784	59	142,5	145,9	0,758
30	31,8	32,8	0,783	60	149,3	152,8	0,758

Lampiran B
(normatif)
Pelaporan

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Batas deteksi.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Data pengambilan contoh uji.
- 7) Data proses.
- 8) Hasil pengukuran blanko.
- 9) Hasil pengukuran contoh uji
- 10) Kadar SO_x dalam contoh uji.



Bibliografi

Kep-205/BAPEDAL/07/1996 tentang Pedoman Teknis Pengendalian Pencemaran Udara Sumber Tidak Bergerak. BAPEDAL

Perry, 1986, *Chemical Engineering Handbook*. Mc Graw - Hill. USA.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id